

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)



REC'D 02 MAR 2000	
WIPO	PCT

DE 99/4029
EU

Bescheinigung

#7

Die Technische Universität Dresden in Dresden/Deutschland hat eine
Patentanmeldung unter der Bezeichnung

"Organisches Düngemittel sowie Verfahren zu seiner Herstellung
und Verwendung"

am 22. Dezember 1998 beim Deutschen Patent- und Markenamt eingereicht.

Das angeheftete Stück ist eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprüngli-
chen Unterlage dieser Patentanmeldung.

Die Anmeldung hat im Deutschen Patent- und Markenamt vorläufig das Symbol
C 05 F 11/02 der Internationalen Patentklassifikation erhalten.

München, den 3. Februar 2000

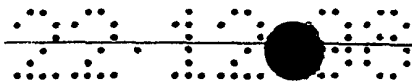
Deutsches Patent- und Markenamt

Der Präsident

Im Auftrag

Weinmayr

Aktenzeichen: 198 59 068.7

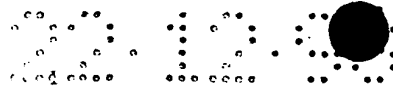


Zusammenfassung

Organisches Düngemittel sowie Verfahren zu seiner Herstellung und Verwendung

Die Erfindung betrifft ein organisches Düngemittel sowie ein Verfahren zur seiner Herstellung, bei dem Braunkohle in einem wäßrig-ammoniakalischen Milieu mit einem pH-Wert größer 9 suspendiert und dabei teilweise gelöst und im wäßrig-ammoniakalischen Milieu oxydiert wird, und das organische Düngemittel als Dispersion im wäßrigen Milieu, durch Eindicken oder Trocknen gewonnen wird.

Mit dem Verfahren läßt sich ein organisches Düngemittel aus Braunkohle mit humusähnlicher Struktur und Langzeitdüngewirkung herstellen und als solches oder als Zusatz zu ertrags- und bodenverbessernden Substraten verwenden.



Organisches Düngemittel sowie Verfahren zu seiner Herstellung und Verwendung

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein organisches Düngemittel sowie ein Verfahren zu seiner Herstellung und dessen Verwendung aus Braunkohle, das natürlichen Humusstoffen sehr ähnlich ist. Das Düngemittel läßt sich als naturnahes Mittel zur nachhaltigen Pflanzenernährung und zur Bodenverbesserung anwenden.

Aus der EP 0 689 526 B1 ist ein Verfahren zur Herstellung eines organischen Düngemittels durch oxidative Ammonolyse von technischen Lignin bekannt, wobei das Lignin durch Ausfällen aus Ablaugen von alkalischen Zellstoffaufschlußverfahren bzw. aus alkalischen Ligninextrakten gewonnen wird. Die Besonderheit des Verfahrens besteht darin, daß das Ausfällen des Lignins im alkalischen Bereich beendet wird. Das organische Düngemittel zeichnet sich durch einen besonders hohen Anteil an fester organisch gebundenen Stickstoff (55 % bis 85 %, gemessen am Gesamtstickstoffgehalt des Düngemittels) aus.

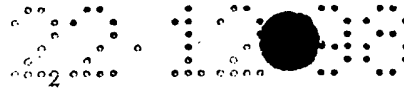
Zur Durchführung des Verfahrens wird frei verfügbares technisches Lignin benötigt.

Auf Grund ihrer chemischen Eigenschaften und ihrer Verfügbarkeit hat Braunkohle schon seit längerer Zeit Interesse als Ausgangsmaterial für die Herstellung von Stoffen bzw. Stoffgemischen mit Düngewirkung gefunden.

So wird beispielsweise Braunkohle gemäß der US 3.607.212 mit anorganischem Material und/oder organischen Massenabfällen gemischt. Diese Gemische werden gegebenenfalls vorher einer mechanischen Bearbeitung und/oder Hydrolyseprozessen unterworfen.

Bisher bekannte Arbeiten beziehen sich auch auf den hohen Gehalt der Braunkohle an Kohlehuminsäuren und die Möglichkeiten, diese Huminsäuren zu gewinnen. Die Kohlehuminsäuren sind beispielsweise gemäß der US 3.770.411 mit wäßrigem Ammoniak extrahiert und die Extrakte mit Phosphorsäure umgesetzt worden.

Aus der US 4.013.440 ist ein Verfahren bekannt, bei dem Kohle direkt mit Harnstoff bzw. Harnstofflösungen behandelt und diese Produkte nachfolgend mit HNO_3 bzw. H_2O_2 oxidiert werden.

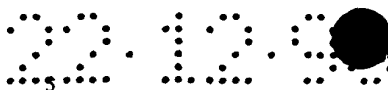


Ein gattungsgemäßes Verfahren ist aus der EP 0 298 710 bekannt, bei dem Kohle mit einem wäßrigen Medium zu einer Aufschlämmung mit einem pH-Wert im Bereich von 4 bis 9 verarbeitet wird. Die Aufschlämmung wird mit einem gasförmigen Oxydationsmittel, wie Sauerstoff, Luft und Mischungen davon, oxydiert. Die Oxydation erfolgt bei Temperaturen von 100 bis 300 °C, bei einem Druck von 0,1 bis 10 MPa und einer Reaktionszeit von 5 bis 600 Minuten. Das so oxydierte Produkt weist nur einen Stickstoffanteil von unter 2 % auf. Es ergibt sich ein ungünstiges C/N-Verhältnis von ca. 35 bis 40. ✓

Aus der DE 40 15 277 A1 ist ein Verfahren zur Wachstumsstimulation von Sämlingen bekannt, welches darin besteht, daß ein Kohleoxydationsprodukt dem Medium, in dem der Sämling wächst, zugeführt wird. Als Kohleoxydationsprodukt wird ein Produkt vorgeschlagen, welches durch trockene Oxydation der Kohle mit Sauerstoff, insbesondere Luft, bei einer Temperatur zwischen 120 und 350 °C und einem Partialdruck des Sauerstoffs zwischen 0,01 und 1 MPa, vorzugsweise zwischen 0,01 und 0,5 MPa, während einer Kontaktzeit zwischen 15 und 600 Minuten hergestellt wird. Als ein weiteres Kohleoxydationsprodukt wird ein Produkt vorgeschlagen, das gemäß der EP 0 298 710 hergestellt wird. Das durch trockene Oxydation hergestellte Kohleoxydationsprodukt weist typischerweise einen Stickstoffanteil von unter 2 % und ein C/N-Verhältnis von ca. 35 auf.

In Mukherjee, P. N. u. a.: Proc. Nat. Acad. Sci. India, vol. A 38, 1961, No. 1, S. 124 – 126 war das Ziel verfolgt worden, aus Kohle organomineralische Düngemittel mit hohem Stickstoffgehalt (10...20 %) auf direktem Wege herzustellen. Bei dem beschriebenen Verfahren handelt es sich um die Umsetzung von Kohle mit Ammoniak/Luft/Sauerstoff-Gemischen jedoch in Fließbettverfahren bei hohen Temperaturen im Bereich von 250 bis 325 °C nach dem Prinzip der Amoxydation. ✓

Außerdem sind aus der Druckschrift Gürüz, Kemal: Oxy-ammoniation of Elbistan lignite to produce a nitrogenous fertilizer, Fuel, 1980, Vol. 59, S. 772 – 776 Untersuchungen bekannt geworden, bei denen eine bestimmte Braunkohle mit wäßrigem Ammoniak und Sauerstoff bei Überdruck in einem Autoklaven bei erhöhten Temperaturen umgesetzt wurde. Der Sauerstoffdruck gemessen bei 25 °C lag in Größenordnungen von 0,1 bis 2,3 MPa. Um einen hohen N-Gehalt zu erreichen, wurde die Braunkohle mit Mineralsäuren vorbehandelt. Das so hergestellte Produkt weist einen Gehalt von 8,8 bis 18 % Gesamtstickstoff auf, wobei bis zu 64 % als wasserlösliche Anteile in der Ammonium-Form vorliegen. Dieser Dünger kann als reiner Stickstoffdünger mit hohem Ammonium-Anteil bewertet werden. ✓



Aufgabe der Erfindung ist es, einen in der Natur in großen Mengen verfügbaren organischen Rohstoff durch ein Verfahren in ein organisches Düngemittel mit ausgeprägtem Huminstoffcharakter, mit erhöhtem Stickstoffgehalt bei günstigem C/N-Verhältnis und Langzeitdüngewirkung umzusetzen.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß Braunkohle in einem wäßrig-ammoniakalischen Milieu mit einem pH-Wert größer 9 suspendiert und dabei teilweise gelöst und im wäßrig-ammoniakalischen Milieu oxydiert wird, und das organische Düngemittel als Dispersion im wäßrigen Milieu, durch Eindicken oder Trocknen gewonnen wird.

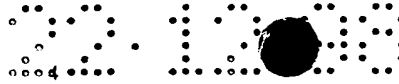
Wesentlich an dem Verfahren ist, daß die Braunkohle in einem Gemisch einer wäßrigen Suspension und Lösung unter alkalischen Bedingungen in Gegenwart eines N-basischen Reaktanten, wie im besonderen Ammoniak, schonend oxydiert wird.

Bei einer vorteilhaften Variante des Verfahrens wird Braunkohle zunächst in ein wäßrig-ammoniakalisches Gemisch von Suspension und Lösung überführt und nun im Reaktor, der nach dem Injektorprinzip aufgebaut ist, zunächst ohne Zufuhr von Sauerstoff/Luft alkalisch aktiviert und dabei über eine regelbare Zeit bis zu 0,5 h auf die Oxydationstemperatur gebracht.

Um eine schonende, aber effektive Oxydation schon bei relativ niedriger Reaktionstemperatur (weit unter 100°C zu erreichen, wird jetzt das Oxydationsgas über den Injektor in das Reaktionsgemisch eingespeist. Nach dieser Verfahrensweise entsteht ein System aus Flüssigkeit und feinblasigem Schaum mit einer großen Austauschfläche zwischen dem organischen Material in der Flüssigkeit und dem Oxydationsgas. Dadurch kann die effektive Oxydation sowohl durch Sauerstoff als auch durch Luft und hier mit einem im Vergleich zur Anwendung von reinem Sauerstoff wesentlich geringeren Sauerstoffpartialdruck weit unter 0,1 MPa realisiert werden.

Nachdem die vorgegebene Reaktionszeit erreicht ist, wird der Sauerstoffeintrag geschlossen und die Reaktion abgebrochen. Das Reaktionsgemisch wird jetzt ohne weitere Sauerstoffzufuhr auf eine Temperatur abgekühlt, die für eine Aufarbeitung notwendig ist. Der spezielle Reaktor ermöglicht dabei vorteilhafterweise Abkühlzeiten < 1 Stunde.

Vorteilhaft wird die Oxydation mit Luft oder Sauerstoff, oder Luft/Sauerstoff- Gemischen und in einem wäßrig-ammoniakalischen Milieu mit einer Ammoniakkonzentration bis zu 7 % durchgeführt. Die Oxydation erfolgt vorteilhaft bei Normaldruck, wobei Braunkohlen mit unterschiedlicher Partikelgröße eingesetzt werden können.



Vorteilhaft wird die Oxydation bei einer Reaktionstemperatur bis 100 °C und über einen Zeitraum von 0,5 bis 4 Stunden geführt.

Gemäß einer besonderen Ausführung des Verfahrens wird als Ausgangsmaterial Braunkohle im Gemisch mit technischen Ligninen der Zellstoffindustrie, sowie der Holzhydrolyse, Braunkohle im Gemisch mit Lignin sowie Lignocellulosematerial aus dem Steam Explosion-Aufschluß zur Faserstoffherstellung und Braunkohle im Gemisch mit Lignocellulosematerial, wie Holz- bzw. Rindepartikel eingesetzt.

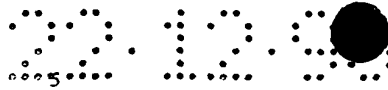
Eine weitere vorteilhafte Ausführung des Verfahrens sieht vor, daß bei oder im Anschluß an die Oxydation der Braunkohle oder der Braunkohle im Gemisch mit Ligninen eine weitere Dotierung mit Makro- und Mikronährstoffen, wie mit Phosphor, erfolgt.

Ein mit dem Verfahren hergestelltes organisches Düngemittel ist durch die im Anspruch 9 genannten Merkmale angegeben.

Die Verwendung des organischen Düngemittels ist durch die im Anspruch 10 genannten Merkmale beschrieben.

Bei dem Verfahren war es überraschend, daß die Braunkohle, obwohl sie mit einem hohen Anteil Strukturen von kohlespezifischem Humin- bzw. Fulvinsäuretyp vorliegt, die hochkondensiert sind, durch Oxydation im wäßrig-ammoniakalischen Milieu als Suspension bzw. teilweise gelöst, zu einem humusähnlichen Düngemittel mit einer Langzeitdüngewirkung umgesetzt werden kann. Durch das erfindungsgemäße Verfahren wird in die kohlespezifischen Huminstoffe Stickstoff in chemischer Bindung eingeführt und dabei werden diese Kohlehuminstoffe in ihrer chemischen Struktur so verändert, daß sie den unter natürlichen Bedingungen gebildeten Huminstoffen des Bodens im stärkeren Maße ähnlich sind. Gleichzeitig werden die hochmolekularen organischen Strukturen der Kohle, die nicht huminstoffähnlich sind, partiell abgebaut, d.h. zu kleineren Molekülgrößen aufgespalten und mit polaren Gruppen funktionalisiert.

Das Verfahren kann technologisch so umgesetzt werden, daß ein wäßrig-ammoniakalisches Gemisch von Suspension und Lösung des Ausgangsmaterials über einen Wärmetauscher im Kreislauf geführt und dabei das Oxydationsgas über ein Injektorsystem eingetragen wird.



Im Vergleich zu bisher bekannten Lösungen vereinigt das Verfahren in sich eine Reihe von Vorteilen.

Es zeichnet sich dadurch aus, daß Braunkohle als Ausgangsmaterial insgesamt ohne vorherige Trennoperationen umgesetzt wird und der bei der Umsetzung hergestellte Humusersatzstoff gleichfalls als Gesamtprodukt ohne nachfolgende zusätzliche Trennprozesse verwertet werden kann.

Als Oxydationsmittel wird Sauerstoff oder nur Luft eingesetzt. Im Gegensatz zu allen anderen bisher beschriebenen Verfahren einer derartigen Oxydation mit Sauerstoff oder Luft wird es erfindungsgemäß vorteilhafterweise unter schonenden Bedingungen bei Normaldruck und Temperaturen bis 100 °C geführt.

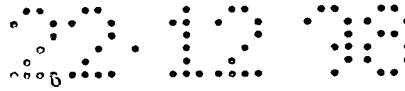
Die mit dem Verfahren aus Braunkohle hergestellten Produkte können bis zu 6 % Gesamtstickstoff enthalten, der in verschiedenartigen chemischen Bindungsformen vorliegt. Die chemischen Bindungsformen unterscheiden sich hinsichtlich ihrer Hydrolysierbarkeit. Der in der Ammonium-Form gebundene Stickstoff (20 - 45 % des Gesamtstickstoffs) ist mit in Wasser suspendiertem MgO leicht als Ammoniak abzuspalten, während die organischen Bindungsformen (55 - 80 % des Gesamtstickstoffs) schwerer hydrolysierbar sind. Ein Teil des organisch gebundenen Stickstoffs liegt in der Amid-Form vor (bis 20 % des Gesamtstickstoffs), die auf normale Weise mit verdünnter Natronlauge unter den Bedingungen der Wasserdampfdestillation hydrolysiert werden kann. Der unter diesen experimentellen Bedingungen nicht hydrolysierbare Anteil wird als fester organisch gebundener Stickstoff bezeichnet (bis 60 % des Gesamtstickstoffs).

Diese unterschiedlichen Bindungsformen des Stickstoffs verbunden mit der organischen Matrix bewirken, daß bei Anwendung der Produkte die Pflanzen nachhaltig und langfristig mit Stickstoff versorgt werden. Gleichzeitig damit wird der Austrag von Stickstoff ins Sicker- und Grundwasser erheblich verringert.

Die elementaranalytischen Daten der Produkte zeigen insgesamt die günstigen und erwünschten Veränderungen des Ausgangsmaterials, die durch das Verfahren erreicht werden.

Das hohe C/N-Verhältnis der Ausgangsbraunkohle von 93 konnte auf den für die Anwendung vorteilhaften Wert von 9 - 15 gesenkt werden.

Das Atomverhältnis H/C steigt von 1,05 bis auf 1,28 an. Während in den Kohlehuminsäuren etwa 1 - 1,5 % N organisch gebunden sind, beträgt dieser Anteil in den Humusersatzstoffen bis zu 4 %, ähnlich zu den unter natürlichen Bedingungen entstandenen Huminsäuren des Bodens.



Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren können Braunkohlen unterschiedlicher Standorte (Herkunft) als Ausgangsmaterial eingesetzt werden.

Es ist ein besonderer Vorteil des Verfahrens, daß als Ausgangsmaterial auch Gemische von Braunkohlen mit technischen Ligninen der Zellstoffindustrie sowie der Holzhydrolyse, von Braunkohlen mit Lignin sowie Lignocellulosematerial aus dem Steam Explosion-Aufschluß zur Faserstoffherstellung und von Braunkohle mit Lignocellulosematerial, wie Holz- bzw. Rindepartikel eingesetzt werden können.

Mit dem Einsatz oben genannter Gemische lassen sich Produkteigenschaften erreichen, die effektive Spezialanwendungen ermöglichen, wie z.B. zum Erosionsschutz.

Das erfindungsgemäße Verfahren zeichnet sich weiterhin dadurch aus, daß das Produkt zusätzlich mit Makro- und Mikronährstoffen, wie z. B. Phosphor dotiert werden kann.

Die Erfindung wird nachfolgend anhand von Ausführungsbeispielen noch näher erläutert.

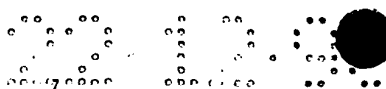
Ausführungsbeispiel 1

30 - 70 g Braunkohle mit Korngrößen im Bereich von $< 1,0$ mm, vorzugsweise $< 0,4$ mm wurden in 200 - 300 ml Ammoniak unter kräftigem Durchmischen suspendiert und dabei teilweise gelöst. Danach wurde in einer ersten Variante dieses Gemisch aus Suspension und Lösung unter Zugabe von 3000 - 3500 ml Ammoniak in den Reaktor eingefüllt.

Dieses Gemisch aus Suspension und Lösung wurde in einer zweiten Variante durch mehrstündiges Stehen unter gelegentlichem Schütteln und Durchmischen vorbehandelt. Anschließend wird wie bei Variante 1 verfahren.

Das Gemisch wird nun über einen Rohrreaktor und einen Wärmetauscher umgepumpt und auf die Reaktionstemperatur von 70 - 76 °C gebracht. Nachdem die vorgegebene Reaktionstemperatur erreicht ist, wird Sauerstoff mit einer Menge von 30 - 50 l/Std. über ein Injektionssystem zudosiert und die einsetzende oxydative Ammonolyse unter ständigem Umpumpen und gleichbleibender Zufuhr des Oxydationsgases über eine Reaktionszeit von 1 bis 4 Stunden geführt.

Mit dem Reaktionsende wird die Sauerstoffzufuhr geschlossen, das Reaktionsgemisch unter Umpumpen abgekühlt und nachfolgend ausgetragen. Das Reaktionsprodukt wird schließlich durch Eindampfung bzw. Vakuum eindampfung als Feststoff gewonnen.



Die Stickstoffausbeute wurde analytisch bestimmt.

Elementaranalyse:

C	53,50 %
H	5,32 %
N	5,97 %
S	0,45 %

Bindungsformen des Stickstoffs (in % des Gesamtstickstoff-Gehaltes)

Ammonium-N	32,8 %
organisch gebunden	67,2 %
Amid-N	11,1 %
fester organisch gebunden	56,1 %

Ausführungsbeispiel 2

Die Umsetzung wird wie im Ausführungsbeispiel 1, Variante 1 oder 2, durchgeführt. An Stelle von Sauerstoff wird jedoch Luft als Oxydationsgas in der Menge von 50 l/Std. zudosiert.

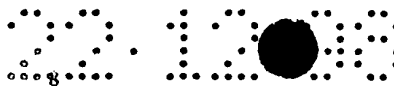
Die Stickstoffausbeute wurde analytisch bestimmt.

Elementaranalyse:

C	57,03 %
H	5,15 %
N	5,56 %
S	0,58 %

Bindungsformen des Stickstoffs (in % des Gesamtstickstoff-Gehaltes)

Ammonium-N	34,6 %
organisch gebunden	65,4 %
Amid-N	14,0 %
fester organisch gebunden	51,4 %



Ausführungsbeispiel 3

35 g Braunkohle mit Korngrößen im Bereich von $< 1,0$ vorzugsweise $< 0,4$ mm wurden in 200 ml Ammoniak unter kräftigem Durchmischen suspendiert und dabei teilweise gelöst und 35 g Alkalilignin in 200 ml Ammoniak gelöst. Dieses Gemisch aus Kohlesuspension und -lösung und die Ligninlösung wurden vereinigt und wie unter Ausführungsbeispiel 1, Variante 1 beschrieben sofort oder, wie unter Ausführungsbeispiel 1, Variante 2 beschrieben nach Vorbehandlung weiterverarbeitet.

Danach wurde dieses Gesamtgemisch unter Zugabe von 3000 - 3500 ml Ammoniak in den Reaktor eingefüllt.

Das Gemisch wurde anschließend über einen Rohrreaktor und einen Wärmetauscher umgepumpt und auf die Reaktionstemperatur von $70 - 76$ °C gebracht.

Die Stickstoffausbeute wurde analytisch bestimmt.

Elementaranalyse:

C	55,92 %
H	5,46 %
N	5,56 %
S	0,86 %

Bindungsformen des Stickstoffs (in % des Gesamtstickstoff-Gehaltes)

Ammonium-N	35,3 %
organisch gebunden	64,7 %
Amid-N	11,5 %
fester organisch gebunden	53,2 %

Ausführungsbeispiel 4

35 g Braunkohle mit Korngrößen im Bereich von $< 1,0$ vorzugsweise $< 0,4$ mm wurden in 200 ml Ammoniak unter kräftigem Durchmischen suspendiert und dabei teilweise gelöst und 35 g Sulfitablaugentrockenpulver in 200 ml Ammoniak gelöst. Dieses Gemisch aus Kohlesuspension und -lösung und die Ligninlösung wurden vereinigt und wie unter Ausführungsbeispiel 1 Variante 1 beschrieben sofort oder, wie unter Ausführungsbeispiel 1, Variante 2 beschrieben nach Vorbehandlung weiterverarbeitet.

22.12.98

Danach wurde dieses Gesamtgemisch unter Zugabe von 3000 - 3500 ml Ammoniak in den Reaktor eingefüllt.

Das Gemisch wurde anschließend über einen Rohrreaktor und einen Wärmetauscher umgepumpt und auf die Reaktionstemperatur von 70 - 76 °C gebracht.

Die Stickstoffausbeute wurde analytisch bestimmt.

Elementaranalyse:

C	45,97 %
H	4,94 %
N	4,65 %
S	3,86 %

Bindungsformen des Stickstoffs (in % des Gesamtstickstoff-Gehaltes)

Ammonium-N	35,9 %
organisch gebunden	64,1 %
Amid-N	14,6 %
fester organisch gebunden	49,5 %

Ausführungsbeispiel 5

Die Umsetzung wurde wie im Ausführungsbeispiel 4 durchgeführt. An Stelle von Sauerstoff wurde jedoch Luft als Oxydationsgas in der Menge von 50 l/Std. zudosiert.

Die Stickstoffausbeute wurde analytisch bestimmt.

Elementaranalyse:

C	49,77 %
H	4,73 %
N	3,34 %
S	3,55 %

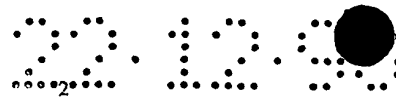
Bindungsformen des Stickstoffs (in % des Gesamtstickstoff-Gehaltes)

Ammonium-N	31,1 %
organisch gebunden	68,9 %
Amid-N	13,8 %
fester organisch gebunden	55,1 %



Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines organischen Düngemittels, bei dem Braunkohle in einem wäßrig-ammoniakalischen Milieu mit einem pH-Wert größer 9 suspendiert und dabei teilweise gelöst und im wäßrig-ammoniakalischen Milieu oxydiert wird, und das organische Düngemittel als Dispersion im wäßrigen Milieu, durch Eindicken oder Trocknen gewonnen wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem Braunkohle in ein wäßrig-ammoniakalisches Gemisch von Suspension und Lösung überführt und anschließend in einem Reaktor zunächst ohne Zufuhr von Sauerstoff oder Luft alkalisch aktiviert und dabei in einer bis zu 0,5 h regelbaren Zeit auf eine Oxydationstemperatur von unter 100°C gebracht wird, anschließend das Oxydationsgas bei einer Reaktionstemperatur unter 100°C und bei Sauerstoff als Oxydationsgas unter Normaldruck und bei Luft als Oxydationsgas bei einem Sauerstoffpartialdruck unter 0,1 MPa im Reaktor in das Reaktionsgemisch nach dem Injektorprinzip eingespeist wird, und schließlich die Zufuhr von Oxydationsgas geschlossen und die Reaktion abgebrochen und das Reaktionsgemisch ohne weitere Oxydationsgaszufuhr auf eine für die weitere Aufarbeitung notwendige Temperatur abgekühlt wird, wobei die Abkühlzeit weniger als 1 h beträgt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, bei dem die Oxydation mit Luft oder Sauerstoff, oder Luft/Sauerstoff- Gemischen und in einem wäßrig-ammoniakalischen Gemisch aus Suspension und Lösung mit einer Ammoniakkonzentration bis zu 7 % durchgeführt wird.
4. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, bei dem die Oxydation bei Normaldruck erfolgt.
5. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, bei dem die Braunkohlen mit unterschiedlicher Partikelgröße eingesetzt werden.
6. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, bei dem die Oxydation bei einer Reaktionstemperatur von 20 °C bis 100 °C und über einen Zeitraum von 0,25 bis 4 Stunden geführt wird.



13

7. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, bei dem Braunkohle im Gemisch mit technischen Ligninen der Zellstoffindustrie, sowie der Holzhydrolyse, Braunkohle im Gemisch mit Lignin sowie Lignocellulosematerial aus dem Steam Explosion-Aufschluß zur Faserstoffherstellung und Braunkohle im Gemisch mit Lignocellulosematerial, wie Holz- bzw. Rindepartikel eingesetzt wird.
8. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, bei dem bei der oder im Anschluß an die Oxydation der Braunkohle oder der Braunkohle im Gemisch mit Ligninen eine weitere Dotierung mit Makro- oder Mikronährstoffen, wie mit Phosphor, erfolgt.
9. Organisches Düngemittel nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Produkt bis zu 6 % Gesamtstickstoff enthält und der Stickstoff chemisch unterschiedlich gebunden ist, wovon
 - 20 - 45 % als Ammonium-Stickstoff vorliegen
 - 55 - 80 % organisch gebunden, wovon
 - bis zu 20 % des Gesamtstickstoffs als Amid und
 - bis zu 60 % fester organisch gebunden sind.
10. Verwendung des organischen Düngemittels nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet**, daß das organische Düngemittel als solches verwendet oder ertrags- und bodenverbessernden Substraten zugesetzt wird.

